

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift  
⑪ DE 30 15 890 A 1

⑲ Aktenzeichen: P 30 15 890.8  
⑳ Anmeldetag: 24. 4. 80  
㉑ Offenlegungstag: 29. 10. 81

⑤ Int. Cl. 3:  
C 08 L 83/04  
C 08 J 3/24  
C 08 K 5/54  
C 08 K 5/56

㉒ Anmelder:  
Vysoká škola chemicko-technologická Praha, Praha, CS

㉓ Vertreter:  
von Föner, A., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Strehl, P., Dipl.-Ing.  
Dipl.-Wirtsch.-Ing.; Schübel-Hopf, U., Dipl.-Chem.  
Dr.rer.nat.; Ebbinghaus, D., Dipl.-Ing.; Finck, K., Dipl.-Ing.  
Dr.-Ing., Pat.-Anw., 8000 München

㉔ Erfinder:  
Heldingsfeldova, Marta, Dipl.-Ing.; Aisman, Miloslav,  
Dipl.-Ing.; Schatz, Miroslav, Praha, CS

㉕ Verfahren zur Additionsvulkanisation von Polymethylvinylsiloxan

DE 30 15 890 A 1

DE 30 15 890 A 1

3015890

PATENTANWÄLTE

SCHIFF V. FÜNER STREHL SCHÜBEL-HOPF EBBINGHAUS FINCK

MARIAHILFPLATZ 2 & 3, MÜNCHEN 80  
POSTADRESSE: POSTFACH 93 0160, D-8000 MÜNCHEN 98

Vysoka skola chemicko-techno-  
logicka Praha

ALSO PROFESSIONAL REPRESENTATIVE  
BEFORE THE EUROPEAN PATENT OFFICE

KARL LUDWIG SCHIFF (1894 - 1978)  
DIPLO. CHEM. DR. ALEXANDER V. FÜNER  
DIPLO. ING. PETER STREHL  
DIPLO. CHEM. DR. URSULA SCHÜBEL-HOPF  
DIPLO. ING. DIETER EBBINGHAUS  
DR. ING. DIETER FINCK

TELEFON (089) 463064  
TELEX 6-23086 AURO D  
TELEGRAMME AUROMARCPAT MÜNCHEN

DEA-21072  
24. April 1980

VERFAHREN ZUR ADDITIONSVULKANISATION VON POLY-  
METHYLVINYLSILOXAN

Patentanspruch

Verfahren zur Additionsvulkanisation von Polymethylvinylsiloxan, dadurch gekennzeichnet, daß Polymethylvinylsiloxane, enthaltend von 0,2 bis 10 Mol-% von  $\text{CH}_3(\text{CH}_2=\text{CH})\text{OSi}$ -Gruppen, der Einwirkung von Siliziumhydridverbindungen, wie z.B. Alkylhydrogensilanen, Alkylhydrogenpolysiloxanen, oder cyclischen Alkylhydrogenpolysiloxanen mit mindestens zwei Wasserstoffatomen im Molekül in Anwesenheit von Rhodium-Triacetylacetonat als Katalysator unterworfen werden.

130044/0381

3015890

SCHIFF v. FONER STREHL SCHOBEL-HOPF EBBINGHAUS FINCK

- 2 -

## Beschreibung

Bisher ist es bekannt, bei der Additionsvulkanisation von Silikonkautschuk als Katalysator Platin in Metallform, Hexachlorplatin(IV)-säure und weitere verschiedene, insbesondere Komplexverbindungen von Platin anzuwenden. Dazu gehören beispielsweise ein Komplex von Platin mit Olefinen, mit Cyclohexan, mit Styrol oder Pyridin (Pomeranceva M.G., Beljakova Z.V., Golubcov S.A. und Švarc N.S.: Polutschenye karbofunkcionalnych organosilanov po reakcii prisojedinenija - NIITI Moskva, 1971; US-PS. 3 723 497, 3 732 330, 3 516 946, 3 862 081). Platin und dessen Verbindungen, insbesondere Hexachlorplatin(IV)-säure sind Katalysatoren, die zwar eine hohe Ausbeute der Produkte der Additions- bzw. Hydrosilylierungs-Reaktion bieten, welche jedoch auch Nachteile aufweisen, wie z.B. Empfindlichkeit gegen Katalysatorgifte, Erregung der Nebenreaktionen und Notwendigkeit, Inhibitoren beim Aufbewahren von Kautschukgemischen bei Raumtemperatur einzusetzen.

Das vorliegende erfindungsgemäße Verfahren soll die oben erwähnten Nachteile des Standes der Technik ausschalten. Der Erfindung liegt also die Aufgabe zugrunde, ein verbessertes Verfahren zur Additionsvulkanisation von Polymethylvinylsiloxan zu schaffen.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe so gelöst, daß Polymethylvinylsiloxane, enthaltend von 0,2 bis 10 Mol-% von  $\text{CH}_3(\text{CH}_2=\text{CH})\text{OSi}$ -Gruppen, einer Einwirkung von Siliziumhydridverbindungen, wie z.B. Alkylhydrogensilanen, Alkylhydrogenpolysiloxanen oder cyclischen Alkylhydrogenpolysiloxanen mit mindestens zwei Wasserstoffatomen im Molekül in Anwesenheit von Rhodium-Triacetylacetonat als Katalysator unterworfen werden. Bevorzugte Verbindungen besitzen im Alkylrest 1 bis 6

130044/0381

BAD ORIGINAL

Gewichtsubnahme nach Alterung (200°C - 500 Stunden),

1,2 %.

Beispiel 2

Polymethylvinylsiloxane mit 0,2 Mol-%-igem, 1,4 Mol-%-igem und 3,5 Mol-%-igem Gehalt von Vinyleinheiten und dem Füllmittelgehalt wie im Beispiel 1 wurden in Anwesenheit von Rhodium-Acetylacetonat von gleicher Konzentration wie im Beispiel 1 und beim Verhältnis von H:Vi = 0,65 vulkanisiert. Zum Vergleich wurde die Vulkanisation dieser Polysiloxane mittels Dicumylperoxid und 2,4-Dichlorbenzoylperoxid vorgenommen.

130044/0361

BAD ORIGINAL

STN Karlsruhe

L8 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 2003 THOMSON DERWENT on STN  
 ACCESSION NUMBER: 1981-81812D [45] WPIDS  
 TITLE: Addn. vulcanisation of poly methyl-vinyl-siloxane - with  
 silicon hydride using rhodium tri acetyl-acetate as  
 catalyst (CS 28.11.80).  
 DERWENT CLASS: A26 A60  
 INVENTOR(S): AISMAN, M; HEIDINGSFE, M; SCHATZ, M  
 PATENT ASSIGNEE(S): (VYSK) VYSOKA SKOLA CHEM TECH  
 COUNTRY COUNT: 3  
 PATENT INFORMATION:

PATENT NO	KIND	DATE	WEEK	LA	PG	MAIN	IPC
DE 3015890	A	19811029	(198145)*		5		<--
CS 7703724	A	19801128	(198110)				
FR 2481706	A	19811106	(198150)				

PRIORITY APPLN. INFO: CS 1977-3724 19770607  
 INT. PATENT CLASSIF.: C08G077-38; C08J003-24; C08K005-54; C08L083-04  
 BASIC ABSTRACT:

DE 3015890 A UPAB: 19930915  
 Addn. vulcanisation of polymethylvinylsiloxane (I) contg. 0.2-10 mole-%  
 Me(CH<sub>2</sub>=CH)OSi gps. involves the action of Si hydride cpds. (II), e.g.  
 alkyl hydrogenosilanes or (cyclic) alkyl hydrogenopolysiloxanes with  
 min. 2 H atoms in the mol. in the presence of Rh triacetyl-acetate (III)  
 as catalyst.

The rubber mix can be kept at room temp. for at least 2 months  
 without the use of inhibitors and ensures the formation of a good rubber  
 skeleton. Unlike catalysts based on Pt, (III) is not detrimental to the  
 ageing of the vulcanisate. Since (III) is readily soluble, e.g. in  
 acetone, benzene or toluene, it can be incorporated in the mix without  
 difficulty.

FILE SEGMENT: CPI  
 FIELD AVAILABILITY: AB  
 MANUAL CODES: CPI: A06-A00B; A08-C03; A08-C09